

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-332660

(43)公開日 平成10年(1998)12月18日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

FI

G O I N 30/44

G O I N 30/44

B O 1 D 15/08

B O 1 D 15/08

// C O 7 B 63/00

C O 7 B 63/00

F

審査請求 有 請求項の数15 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平10-155579

(62)分割の表示 特願昭63-310024の分割

(22)出願日 昭和63年(1988)12月9日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 野上 太郎

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立
製作所那珂工場内

(72)発明者 加地 弘典

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立
製作所那珂工場内

(72)発明者 萩谷 薫

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立
製作所那珂工場内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

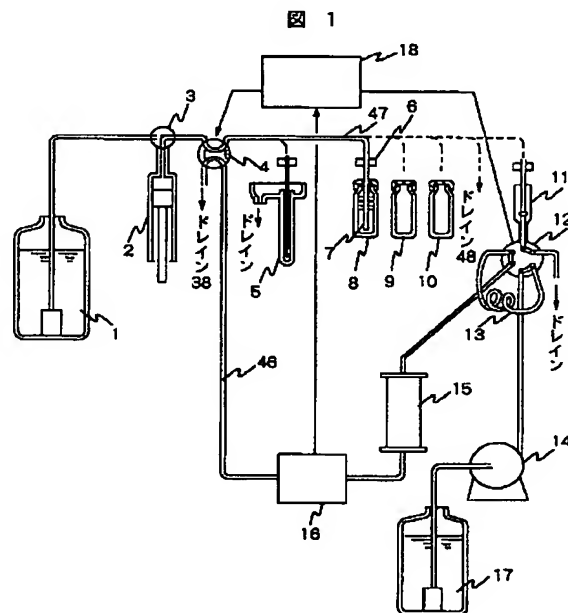
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 液体クロマトグラフおよびそれを用いる方法

(57) 【要約】

【課題】高精度な成分の捕集が可能な液体クロマトグラフを提供することにある。

【解決手段】2以上の成分を含んだ試料を分離カラムに導入し、前記試料導入に対して採取が必要な単一または複数の成分の溶出時間に対応する時間に前記カラムで分離された成分を各成分容器に捕集し、捕集された分離成分の一つまたはそれぞれを再び採取して前記カラムに導入し、分離して捕集するように構成した。



2…シリンジ 3…三方バルブ 4…四方バルブ 7…ノズル
8…試料容器 9…一次分離成分容器 10…二次分離成分容器
11…試料注入室 12…六方バルブ

【特許請求の範囲】

【請求項1】移動相を送液する送液ポンプと、2以上の成分を含んだ試料を前記移動相に導入して混合液とする導入手段と、前記混合液を分離する分離カラムと、前記分離カラムの下流に配置された検出手段を有する液体クロマトグラフにおいて、前記試料導入に対して採取が必要な単一または複数の成分の溶出時間に対応する時間に前記分離カラムで分離された成分を各成分容器に捕集し、捕集された分離成分の一つまたはそれぞれを再び採取して前記カラムに導入し、分離して捕集するように構成されることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項2】移動相を送液する送液ポンプと、2以上の成分を含んだ試料を前記移動相に導入して混合液とする導入手段と、前記混合液を分離する分離カラムと、前記分離カラムの下流に配置された検出手段を有する液体クロマトグラフにおいて、前記試料導入に対して第1の成分の溶出時間に対応する時間に前記カラムで分離された試料を第1の容器に捕集し、次の試料の導入前で且つ前記第1の成分の溶出後に前記分離カラムで分離された試料を第2の成分の溶出時間に対応する時間に第2の容器に捕集し、前記第2の成分の捕集後前記第1の容器及び前記第2の容器に捕集された分離試料をそれぞれ再び前記カラムで分離して捕集するように構成されることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項3】請求項1又は2において、当該試料の分離された成分を個別に捕集し、上記分離カラムからの溶出成分を捕集する複数の分離成分容器を設け、上記分離カラムによって分離された成分を個別に上記分離成分容器へ導く成分取出し用流路系を設け、上記分離された成分が捕集されている上記複数の分離成分容器のいずれかから当該成分を採取し、上記分離カラムの上流へ導入する試料導入用流路系を設けたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項4】請求項3において、上記成分取出し用流路系および上記試料導入用流路系は、それらの特定流路領域において共通流路部を備えていることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項5】請求項4において、上記共通流路部を洗浄する機構を備えたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項6】請求項1又は2において、当該試料の分離された成分を個別に捕集する液体クロマトグラフにおいて、複数の分離成分容器を設け、溶離液送液ポンプと上記分離カラムの間に試料注入室を設け、上記分離成分容器に選択的に挿入されるノズルを設け、分離された成分が捕集されている上記複数の分離成分容器のいずれかから上記ノズルで特定成分を採取し、上記試料注入室へ導入するように上記ノズルを動作させる装置を備えたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項7】請求項6において、上記ノズルと上記分離

カラムの下流の流路を連通させる接続部を備えたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項8】請求項7において、上記接続部を上記分離カラムの下流の流路を上記ノズルから遮断して排液路へ連通するバルブであることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項9】請求項1又は2において、当該試料の分離された成分を個別に捕集する液体クロマトグラフにおいて、複数の分離成分容器を設け、上記分離カラムからの溶出成分を導くための複数の流路部を上記分離成分容器に対応して設け、当該複数の流路のいずれかを選択して上記分離成分容器に捕集されている成分を溶離液の流れに導入する装置を備えたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項10】請求項9において、溶離液送液ポンプと上記分離カラムの間に試料バルブ装置を備え、当該試料バルブ装置には外部から試料を注入し得るポートが設けられていることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項11】請求項9において、上記複数の流路は当該各流路を選択的に開閉動作させる開閉弁を備えていることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項12】請求項9において、上記分離カラムの下流に成分取出し用流路系と排液路に選択的に接続される接続部を備えていることを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項13】2以上の成分を含んだ試料を分離カラムに導入するステップと、前記試料導入に対して採取が必要な単一または複数の成分の溶出時間に対応する時間に前記カラムで分離された成分を各成分容器に捕集するステップと、捕集された分離成分の一つまたはそれぞれを再び採取して前記カラムに導入し、分離して捕集するステップを有することを特徴とする液体クロマトグラフを用いる方法。

【請求項14】2以上の成分を含んだ試料を分離カラムに導入するステップと、前記試料導入に対して第1の成分の溶出時間に対応する時間に前記カラムで分離された試料を第1の容器に捕集するステップと、次の試料の導入前で且つ前記第1の成分の溶出後、前記分離カラムで分離された試料を第2の成分の溶出時間に対応する時間に第2の容器に捕集するステップと、前記第2の成分の捕集後、前記第1の容器及び前記第2の容器に捕集された分離試料をそれぞれ再び前記カラムで分離して捕集するステップを有することを特徴とする液体クロマトグラフを用いる方法。

【請求項15】請求項13又は14において、上記分離カラムによって分離された成分を共通流路を経由して複数の分離成分容器に捕集するステップ、上記共通流路を洗浄するステップ、洗浄された上記共通流路を通して特定の分離成分容器から成分を採取して上記分離カラムへ導入するステップを含むことを特徴とする液体クロマト

グラフを用いる方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は液体クロマトグラフに係り、特に混合物試料中の成分を個別に捕集するのに好適な液体クロマトグラフに関する。

【0002】

【従来の技術】多成分が混合している試料から成分を分離するための液体クロマトグラフには、従来、例えば特開昭62-75261号公報に示されるように、カラムから溶出された被検体ピークが重なって検出されたときには、その被検体ピークをサンプルループに一旦保持し、六方バルブによる溶離液の流路切換え動作により繰返しカラムを通すことによって再分離し、フラクションコレクタに捕集している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記従来技術は成分の分離が不十分な場合は、その未分離の成分領域を繰返し分離カラムを通すことによって分離しているので、捕集対象の成分が複数個の場合には、その間、他の成分を捕集できない問題があった。

【0004】本発明の目的は、混合物試料中の複数の成分を個別に捕集できるばかりでなく、捕集された成分の内のいずれかを選択的に、しかも自動的に再分離できることにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明では、2以上の成分を含んだ試料を分離カラムに導入し、前記試料導入に対して採取が必要な単一または複数の成分の溶出時間に対応する時間に前記カラムで分離された成分を各成分容器に捕集し、捕集された分離成分の一つまたはそれぞれを再び採取して前記カラムに導入し、分離して捕集するように構成した。

【0006】また、2以上の成分を含んだ試料を分離カラムに導入し、前記試料導入に対して第1の成分の溶出時間に対応する時間に前記カラムで分離された試料を第1の容器に捕集し、次の試料の導入前で且つ前記第1の成分の溶出後、前記分離カラムで分離された試料を第2の成分の溶出時間に対応する時間に第2の容器に捕集し、前記第2の成分の捕集後、前記第1の容器及び前記第2の容器に捕集された分離試料をそれぞれ再び前記カラムで分離して捕集するように構成した。

【0007】好ましくは、本発明の液体クロマトグラフは、分離カラムに溶離液を供給し、この溶離液の流れに分離すべき混合物試料を導入して、当該試料の分離された成分を個別に捕集する液体クロマトグラフにおいて、上記分離カラムからの溶出成分を捕集する複数の分離成分容器を設け、上記分離カラムによって分離された成分を個別に上記分離成分容器へ導く成分取出し用流路系を設け、上記分離された成分が捕集されている上記複数の

分離成分容器のいずれかから、捕集されている成分を採取し、上記分離カラムの上流へ導入する試料導入用流路系を設けたものである。また、好ましくは、上記成分取出し用流路系および上記試料導入用流路系は、それらの特定流路領域において共通流路部を備えており、さらに、その共通流路部を洗浄する機構を備えている。

【0008】また、好ましくは、溶離液送液ポンプと上記分離カラムの間に試料注入室を設けるとともに、上記分離成分容器に選択的に挿入されるノズルを設け、分離された成分が捕集されている上記複数の分離成分容器のいずれかから上記ノズルで特定成分を採取し、上記試料注入室へ導入するように上記ノズルを動作させる装置を備えている。また、好ましくは、上記ノズルと上記分離カラムの下流の流路を連通させる接続部を備えている。そして、その接続部には上記分離カラムの下流の流路を上記ノズルから遮断して排液路へ連通するバルブを用いることが好ましい。

【0009】また、好ましくは、上記分離カラムからの流出成分を導くための複数の流路を上記分離成分容器に対応して設け、その複数の流路のいずれかを選択して上記分離成分容器に捕集されている成分を溶離液の流れに導入する装置を備えている。好ましくは、溶離液送液ポンプと上記分離カラムの間に試料バルブ装置を備え、その試料バルブ装置には外部から試料を注入し得るポートが設けられている。また、好ましくは、上記複数の流路は、その複数の各流路を選択的に開閉動作させる開閉弁を備えている。また、好ましくは、上記分離カラムの下流に成分取出し用流路系と、排液路に選択的に接続される接続部を備えている。

【0010】そして、好ましくは、本発明の液体クロマトグラフを用いる方法は、試料を分離カラムに導入するステップ、上記分離カラムによって分離された成分を共通流路を経由して複数の分離成分容器に捕集するステップ、上記共通流路を洗浄するステップ、洗浄された上記共通流路を通して特定の分離成分容器から成分を採取して上記分離カラムへ導入するステップを含むことを特徴としている。

【0011】分離カラムによって分離された試料中の単一または複数の成分が、流路系の外に設けた分離成分容器に、1本のノズル装置または分離カラムからの溶出成分を導くための流路部に設けた開閉バルブの動作により捕集される。捕集された成分が分離不十分な場合は再注入、再分離し、純度の高い成分として再捕集できる。そのためには、分離成分容器中の成分を成分取出し用流路系と試料導入用流路系の特定部分である共通流路部からシリンジの吸引動作により成分を吸引し、次にシリンジの吐出動作により試料導入用流路系を通して分離カラムへ注入する。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明の第一の実施例を図

1により説明する。試料容器8に試料が入れられており、シリンジ2の吸引動作によって試料導入用流路系46にノズル7を通して試料を満たした後、ノズル7は試料注入室11に移動し、シリンジ2の吐出動作によって試料バルブ装置である六方バルブ12に接続されている計量管13に試料を導入する。この時、溶離液17は計量管13を経由しないように六方バルブを切換えておく。なお、試料の吸引、吐出の際には、ノズル7と分離カラム15の下流を連通させる成分取出し用流路系47との接続部である四方バルブ4と、シリンジ2に接続され、洗浄液1と四方バルブ4に接続されている三方バルブは図1に示す流路を構成している。次に六方バルブ12を切換えることによって送液ポンプ14で送られる溶離液の流れに計量管13中の試料が導入されて分離カラム15に入る。分離カラム15で分離された成分は検出器16で検出され、その検出された信号は制御回路18に送られる。制御回路18は、この信号の情報に基づいて各種のバルブおよびノズル7の動作装置を制御する。通常、溶離液だけが流れている間は、溶離液は四方バルブのドレイン38を通して排出されるが、四方バルブを切換えることによって溶離液17はノズル7へ向う。この時、分離カラム15からの溶出成分がノズル7に達しない間は、溶離液17はノズル7からドレイン48に排出されるが、溶出成分が検出器で検出されるとノズル7から、複数の分離成分容器のうちの一次分離成分容器9に成分が捕集される。次にノズル7を洗浄ポート5に移動し、三方バルブ3の切換えによってシリンジ2に洗浄液を吸引し、再び三方バルブ3を切換えて吸引した洗浄液1でノズル7とノズル7と連通する試料導入用流路系46と成分取出し用流路系47の共通流路部を洗浄する。成分の分離が不十分な場合は再度、ノズル7を一次分離成分容器9の位置へ移動し、捕集された成分をシリンジ2の動作によって吸引し、試料注入室11から分離カラム15へ導入して再分離を行う。以上と同様の動作が繰り返され、二度目に捕集された成分が二次分離成分容器10に捕集される。以上は一次捕集、二次捕集が1回ずつ行われた場合であるが、例えば一次捕集を成分の数だけ複数回行った後、二次捕集へ移る方法も可能である。さらに動作機構の具体的説明をする。

【0013】図1の実施例における主要部の機構系を図2に示す。図1と同じ部品には同じ番号を付してある。ノズル7は、上下駆動機構30により、上下に駆動される。下方へ深く移動するのは、①容器より試料あるいは、1回目に捕集された成分を吸引する場合、②試料注入室11の中にノズル7を挿入し計量管13へ試料導入を行う場合、③洗浄ポート5の中にノズル7を挿入する場合および④必要に応じて、例えば捕集した成分が微量のために容器から吸引できないような場合に、希釈液を入れた容器より希釈液を吸引する場合である。前後移動機構31は、パルスモータ33の作用により、ノズル

7、アーム6、上下駆動機構30よりなる機構系を前後に移動する。左右駆動機構32は、パルスモータ34の作用により、前後移動系をこれと一体化されたノズル7、アーム6、上下駆動機構30とともに左右に移動する。六方バルブ12はパルスモータ35により駆動され、四方バルブ4はパルスモータ43により駆動され、三方バルブ3はパルスモータ36により駆動される。またシリンジ2は、パルスモータ37により駆動されるシリンジ駆動機構44の作用により、吸引動作または吐出動作を行う。各パルスモータは、制御回路18により制御される。容器収納ラック40には、試料容器8、一次分離成分容器9、二次分離成分容器10がセットされており、図1を用いて説明したように試料中の成分の捕集動作が行われる。捕集対象の成分が二成分の場合には、一次捕集は、一次分離成分容器9と成分2用一次分離成分容器41に各成分を捕集する動作が行われ、二次捕集は二次分離成分容器10と成分2用二次分離成分容器42に各々の成分を捕集する動作が行われる。捕集対象が三成分以上の場合には、三個以上の一次分離成分容器、三個以上の二次分離成分容器を用いて同様の捕集の動作が行われる。

【0014】本システムにおいては、捕集する必要のない成分及び溶離液、ノズル7および共通流路部を洗浄後の洗浄液等を排出する必要があるが、排液はノズル7から直接またはドレイン38を経由して廃液ビン39に集められる。

【0015】この他、図には示されていないが、送液ポンプ14、分離カラム15、検出器16が存在する。送液ポンプ14と分離カラム15は六方バルブ12と、検出器16は四方バルブ4と接続されている。

【0016】図5に図1の実施例における各部の動作を説明するタイムチャートを示し、機構部の動作と関連させて説明する。

【0017】ノズル7が試料容器8内に降りている時、三方バルブ3は、シリンジ2より四方バルブ4へ至る流路が開かれる状態になっている。すなわち図1に示された状態になっている。この状態でシリンジ2が吸引方向へ動作することにより、試料容器8中の試料が、ノズル7を通して試料導入用流路系46に吸引される。この間六方バルブ12は、図1に示された接続状態になっており、溶離液が送液ポンプ14によって分離カラム15に送られている。

【0018】図5のタイムチャートにおいて、ノズル7が注入状態になった時、すなわちノズル7が試料注入室11に挿入された時、六方バルブ12は、試料注入側に回転する。試料注入側における六方バルブ12の接続状態を図7に示す。注入された試料は、計量管13に保持される。この状態から再び送液側に戻ると、図1中に記載された六方バルブ12の接続状態となり、計量管13中の試料が、分離カラム15に導入される。

【0019】図5のタイムチャートにおいて、上記したように試料の吸引、注入の間、四方バルブ4は常にノズル7とシリンジ2間が導通状態になっていることが示されている。従って分離カラム15、検出器16を通った液は、ドレイン38へ排出される。この状態から四方バルブ4が、ノズル7と検出器16間で導通状態になると、分離カラム15、検出器16を通過してきた液が、ノズル7の方へ送られ、ノズル7より吐出される。この時の四方バルブ4の状態を図8に示す。この状態で、最初はドレイン38に液を排出している。検出器16が成分ピーク1の立上りを検出すると、検出器16よりノズル7に成分が移動するわずかなタイムラグを考慮したタイミングでノズル7が一次分離成分容器9の上に移動し、成分1の捕集を行う。検出器16が成分ピーク1の立下りを検出すると、やはり同様のタイムラグの後、一次分離成分容器9からノズル7が移動し、図5において捕集1と示された成分の捕集が完了する。引続き検出器16よりの情報による成分ピーク2に対する捕集2が行われるが、分離成分容器は捕集1とは別の容器になる。それ以上捕集対象の成分ピークが存在しない場合は、ノズル7がドレイン48に移動する。

【0020】次に四方バルブ4が、ノズル7とシリンジ2間で導通状態に戻り、検出器16より流出する液は、四方バルブ4よりドレイン38に排出される。この状態で三方バルブ3が洗浄液側に導通し、同時にシリンジ2が吸引方向に動作して洗浄液1を吸引する。次に三方バルブ3が切換えられ、四方バルブ4を介してノズル7と三方バルブ3が導通し、シリンジ2が吐出動作を開始する。この際ノズル7は、洗浄ポート5の中に差し込まれた状態となり、ノズル7より吐出される洗浄液1により、ノズル7およびノズル7と連通する共通流路部が洗浄される。

【0021】1回目に捕集された各成分の中からより成分の純度を良くするものを選んで引続き2回目の捕集動作が行われる。この際のシーケンスは、上記とほぼ同じなので説明は省略するが、既に1回捕集した成分を再度分離するため、不純物成分が著しく多い場合を除き、成分ピークは1個しか現われない、図5に示した成分1再捕集がこの例である。捕集した各成分のうち、必要に応じて再度分離成分の捕集を完了した後、次の新しい試料について以上のシーケンスをスタートする。

【0022】図3は、本発明の第二の実施例の液体クロマトグラフの流路の構成を示している。容器収納ラック19に試料容器49および分離成分容器50～52が各々複数個配置されている。これらの各容器には成分取出し用流路系46に連通する複数の流路部53が設けられており、その流路部53には開閉バルブ23a～23eが備えられている。送液ポンプ14と分離カラム15の流路間に試料導入用流路系47と接続する試料注入ポート54を設けた試料バルブ装置12が備えられている。ま

た、検出器16の下流と成分取出し用流路系46の接続部に三方バルブ22が備えられた構成となっている。

【0023】以下、本発明の第2の実施例を示す図3と、第2の実施例のタイムチャートを示す図6を参照して具体的な動作の説明をする。

【0024】まず、試料容器49に挿入されている流路に設けられている開閉バルブ23aがオープンとなる。この時ストップバルブ21はクローズでストップバルブ20はオープンとなる。また、ドレイン用バルブ23eは、ドレイン55側即ち検出器16とドレイン間が導通している。この状態でシリンジを吸引動作にすると、試料が吸引されて試料保持部45が試料で満たされる。次にストップバルブ20がクローズ、ストップバルブ21がオープンとなり、シリンジ2が吐出動作を行う。この時六方バルブ12は試料導入側に回転し、試料保持部45に満たされた試料は、六方バルブ12に設けられた試料注入ポート54から、計量管13に導入される。そして六方バルブ12の流路を送液側に導通させることによって、試料が分離カラム15に送液ポンプ14によって送られる。

【0025】次に、三方バルブ22を検出器16の下流と成分取出し用流路系46を導通するようにすると、検出器16からの流出液は分離カラム16から分離成分容器50～52の方へ向う。最初は、ドレイン55の開閉バルブ23eがオープンになっているが、検出器16が成分ピーク1を検出すると、成分1を捕集する分離成分容器50に対応する開閉バルブ23bがオープンになり、成分1が捕集される。同様に成分ピークを検出すると、成分2を捕集する分離成分容器50に対応する開閉バルブ23cがオープンになり、成分2が捕集される。成分の捕集が終ると再びドレイン55の開閉バルブがオープンになり、溶離液17を排出する。次に三方バルブ22がドレイン56と検出器16の下流を導通させて検出器16からの溶離液17をドレイン56から排出する。次にシリンジ2に接続されている三方バルブ3が洗浄液1と導通すると、シリンジ2が吸引動作し、シリンジ2に洗浄液1を吸引する。そして再び三方バルブ3の流路が切換わると、ストップバルブ20がオープン、ストップバルブ21がクローズとなり、シリンジの吐出動作により、試料導入用流路系47と成分取出し用流路系46との共通流路部57および試料保持部45が洗浄される。

【0026】以下、捕集された各々の成分について、例えば分離が不十分なもの、または必要に応じて同様の操作を行って再分離、再捕集ができるのは図1の場合と同じなので詳しい説明は省略する。

【0027】本実施例特有の効果としては、上記の通常モードの他に、捕集対象の成分が1種類の場合に、容器に捕集せず、そのままリサイクルさせるモードも可能である。

【0028】以上は、1回目の試料サンプリングと捕集した成分を再分離するためのサンプリングとを容器収納ラックに配置した容器から行っていたが、図4は、初回のサンプリングを別に設置したサンプリング部、即ちインジェクションバルブ25で行い、再分離のための成分のサンプリングのみは図3に示した第2の実施例と同様に行う例である。特定の試料をマニュアルインジェクションで注入する試行捕集の用途、あるいは極度に多種類の試料を連続的に捕集する場合に用いられる。インジェクションバルブの代りにオートサンプラを用いることもできる。

【0029】

【発明の効果】本発明は、以上説明したように、精度の高い分離成分の捕集が可能となる。

【0030】また、複数の分離成分容器を流路系の外に備え、成分取出し用流路系と試料導入流路系を備えているので、試料中の単一または複数の成分を個別に、また多数の試料についても同様に捕集できるばかりでなく、一度捕集された成分を必要な時、しかも任意の成分を繰り返し分離カラムに導入できる。

【0031】また、成分取出し用流路系と試料導入用流路系は共通流路部で連通されているので、試料および捕集した成分の吸引、注入が一つの流路で行えるので試料導入系の構造が簡単になる。

【0032】また、試料および捕集された成分を1本のノズルで吸引、注入ができるので試料導入系の構造が簡単になり安価になる。

【0033】さらに、複数の分離成分容器の各々に対応して複数の流路を設け、その流路に開閉バルブを設けたことによって流路系が循環するので通常のリサイクル液体クロマトグラフとしても使用できる。

【0034】そして、分離成分容器はサンプラとフラクションコレクタの両方を兼ねているので、それらを個別

に用意する必要がない。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第一の実施例である。

【図2】第一の実施例における主要部の機構説明図である。

【図3】本発明の第二の実施例である。

【図4】第二の実施例の変形例である。

【図5】第一の実施例の動作に関するタイムチャートである。

【図6】第二の実施例のタイムチャートである。

【図7】図5を詳細に説明するための各々のタイミングにおける各部の状態図である。

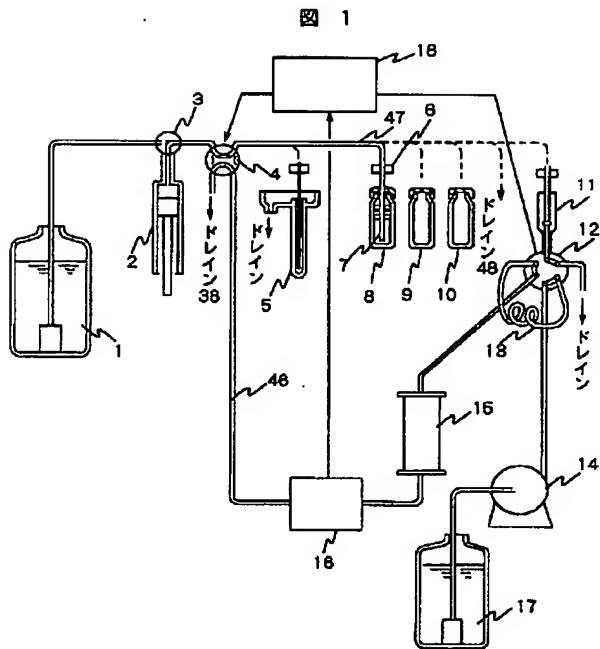
【図8】図5を詳細に説明するための各々のタイミングにおける各部の状態図である。

【図9】図5を詳細に説明するための各々のタイミングにおける各部の状態図である。

【符号の説明】

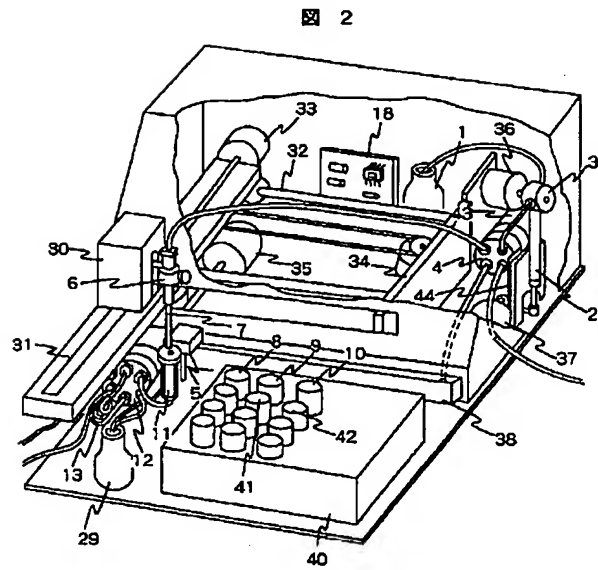
1…洗浄液、2…シリンジ、3、22…三方バルブ、4…四方バルブ、5…洗浄ポート、7…ノズル、8、49…試料容器、9…一次分離成分容器、10…二次分離成分容器、11…試料注入室、12…六方バルブ、13…計量管、14…送液ポンプ、15…分離カラム、16…検出器、17…溶離液、18、24…制御回路、19、40…容器収納ラック、20、21…ストップバルブ、23…開閉バルブセット、23a～23e…開閉バルブ、25…インジェクションバルブ、29…三方ジョイント、30…上下駆動機構、31…前後駆動機構、32…左右駆動機構、41…成分2用一次捕集容器、42…成分2用二次捕集容器、44…シリンジ駆動機構、45…試料保持部、46…成分取出し用流路系、47…試料導入用流路系、48…ドレイン、50、51、52…分離成分容器、53…流路部、54…試料注入ポート、57…共通流路部。

【図1】

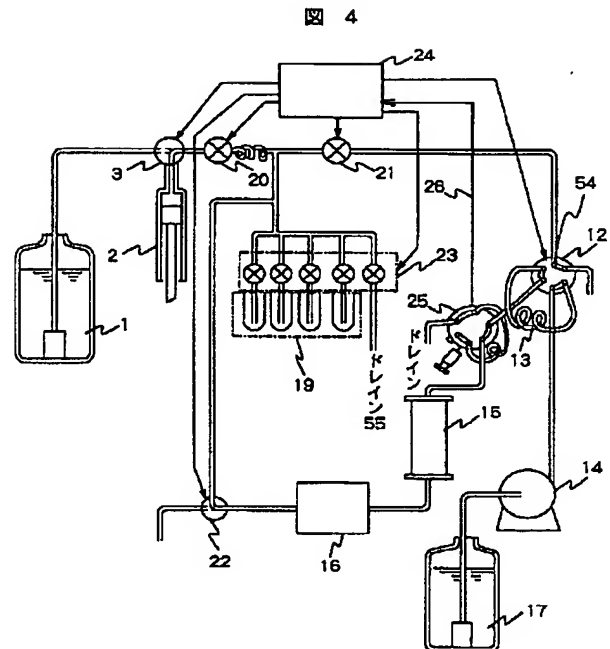


2…シリンジ 3…三方バルブ 4…四方バルブ 7…ノズル
8…試料容器 9…一次分離成分容器 10…二次分離成分容器
11…試料注入室 12…六方バルブ

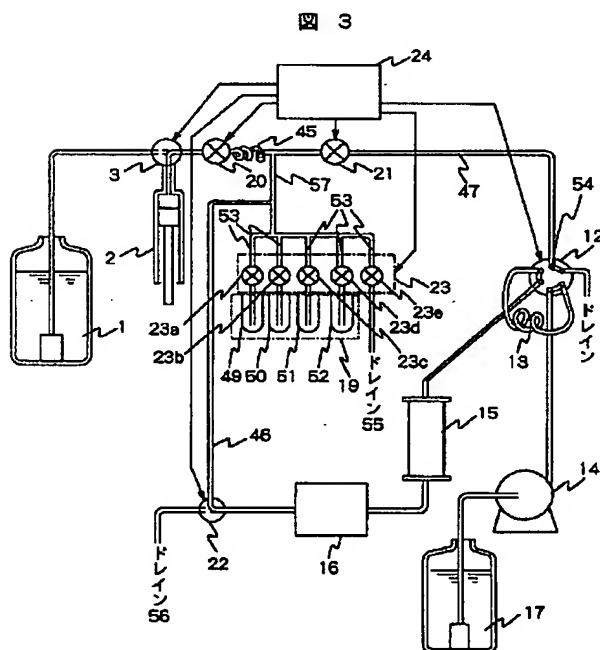
【図2】



【図4】

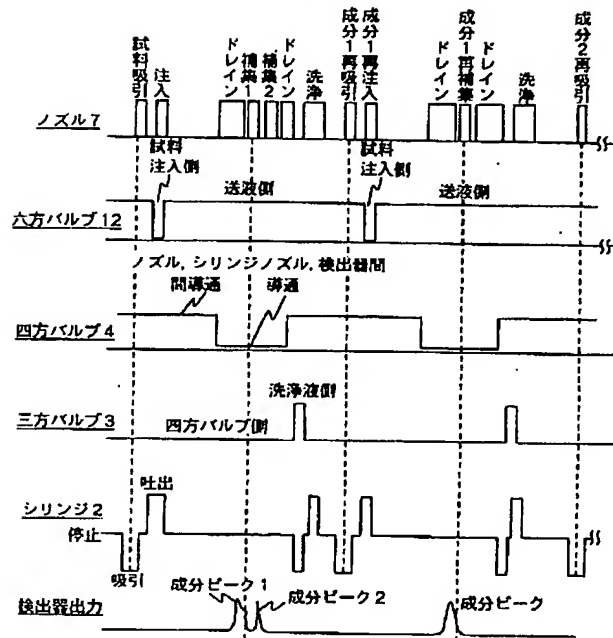


【図3】



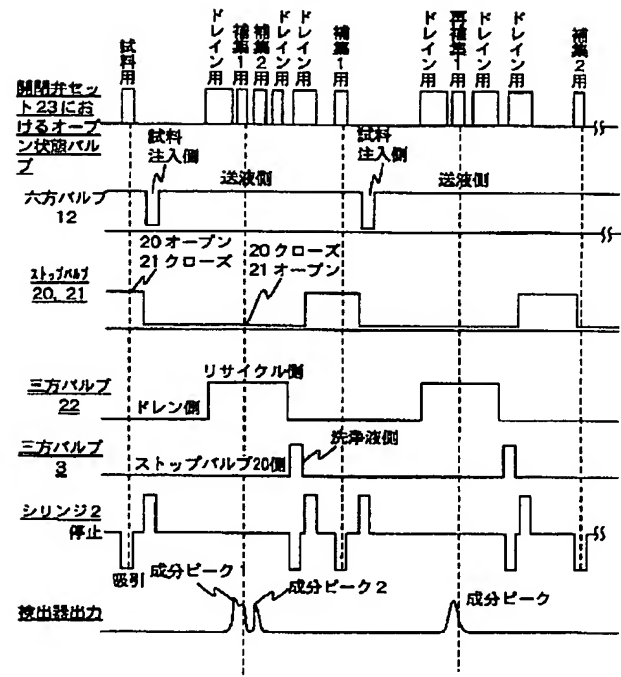
【図5】

図 5



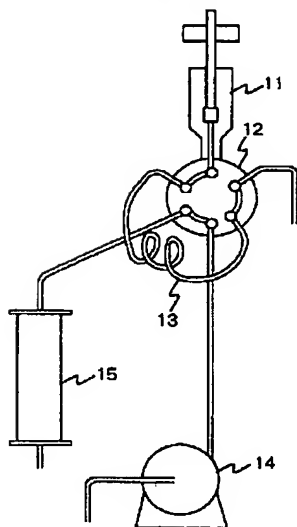
【図6】

図 6



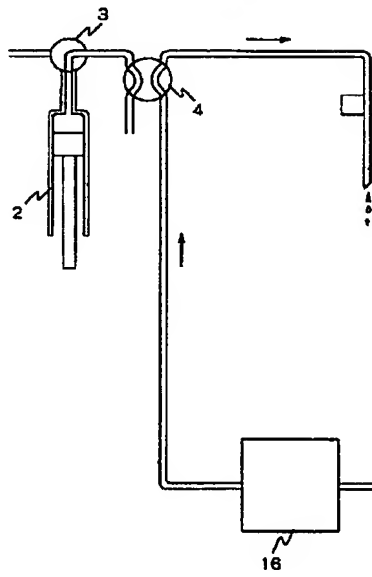
【図7】

図 7



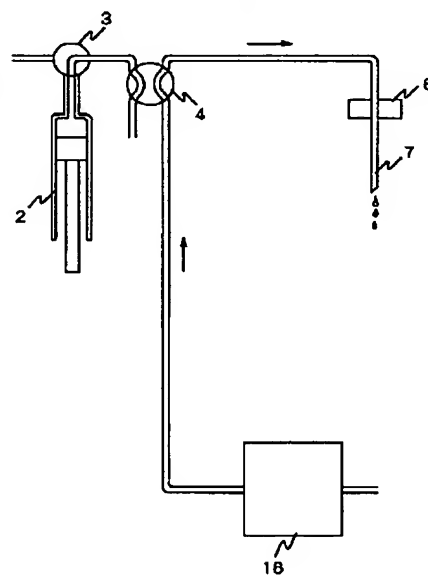
【図8】

図 8



【図9】

図 9



フロントページの続き

(72)発明者 塚田 勝男
東京都千代田区神田駿河台四丁目 6 番地
株式会社日立製作所内

(72)発明者 高田 芳矩
茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立
製作所那珂工場内